

BEST AVAILABLE COPY

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 103 26 231.8

Anmeldetag: 11. Juni 2003

**CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT**

Anmelder/Inhaber: Glatt Ingenieurtechnik GmbH, 99427 Weimar/DE

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von Enzym-Granulaten

IPC: B 01 J 2/16

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 12. Januar 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

MAUCHER, BÖRJES & KOLLEGEN

PATENT- UND RECHTSANWALTSSOZIENTÄT

Patentanwalt Dipl.-Ing. W. Maucher • Patent- und Rechtsanwalt H. Börjes-Pestalozza

Glatt Ingenieurtechnik GmbH
Nordstraße 12
99427 Weimar

Dreikönigstraße 13
D-79102 Freiburg i. Br.

Telefon (07 61) 79 174 0
Telefax (07 61) 79 174 30

Unsere Akte - Bitte stets angeben

P 03 280 B

Bj/ag

Verfahren zur Herstellung von Enzym-Granulaten

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Enzym-Granulaten mit den im Oberbegriff des Patentanspruches 1 genannten Merkmalen.

Enzyme werden in einer Vielzahl von Industriezweigen in immer größerem Umfang genutzt. Dies betrifft sowohl die hergestellten Mengen als auch die verschiedensten Formen der Enzyme. In der Regel liegen Enzyme in flüssiger Form oder auch als Trockensubstanz vor. In der letzten Zeit werden Granulate als Handelsform von Anwendern oder von der weiterverarbeitenden Industrie immer mehr bevorzugt. Die Granulate zeichnen sich durch vorteilhafte Eigenschaften wie beispielsweise leichte Dosierbarkeit, sehr gute Fließeigenschaften, homogene innere Struktur, hohe Partikeldichte, Staubfreiheit sowie eine gleichmäßige und geschlossene Oberfläche aus. Da Enzyme in der Regel durch ihre besonderen Eigenschaften wie Unstabilität, beispielsweise in wässriger Umgebung und Verursachung von allergenen Reaktionen charakterisiert werden können, erweist sich die Granulatform als vorteilhafte Handelsform.

Die Stabilität von Enzymen kann dadurch verbessert werden, dass

diese in eine trockene Form überführt werden. Dies kann beispielsweise durch Sprühtrocknung, verschiedene Agglomerationsprozesse (Nassgranulation in Mischern bzw. Wirbelschichtagglomeration) oder durch Aufbaugranulation in 5 Wirbelschichtapparaten erfolgen.

Nachteilig bei der Sprühtrocknung ist, dass sehr große Apparatévolumina benötigt werden und das pulverförmige Produkt einen beträchtlichen Staubanteil enthält. Dieser Staubanteil 10 erfordert spezielle Schutzmaßnahmen für das Produktionspersonal und Anwender sowie einen deutlichen Mehraufwand an Anlagentechnik zur Entstaubung, Entlüftung und zur Wiederverwertung der Stäube.

15 Ein mögliches Verfahren zur Herstellung von Enzym-Granulaten stellt die Aufbaugranulation in der Wirbelschicht dar, wie es in WO 01/83727 A2 veröffentlicht wurde. Hier wird ein Prozess dargestellt bei dem die flüssige Enzym-Formulierung in eine Wirbelschicht durch Sprühdüsen eingedüst wird. Der im Prozess 20 entstehende Staub wird von der Abluft getrennt und dem Granulationsprozess als Keim wieder zugeführt. Die entstehenden Granulate werden unter Verwendung eines oder von mehreren im Anströmboden des Wirbelschichtapparates angebrachten Schwerkraftsichtern aus dem Prozess entnommen. Die Größe der 25 ausgetragenen Granulate kann durch Einstellung der Sichtgasmenge eingestellt werden. Optional können die Granulate auch zusätzlich beschichtet werden. Das Verfahren wendet den Wirbelschicht-Prozess gemäß EP-A-0163836 und EP-A-0332929 an. Der beschriebene Wirbelschichtprozess zeichnet sich dadurch 30 aus, dass zur gleichmäßigen Verteilung des zur Fluidisation und Trocknung benötigten Prozessgases ein Anströmboden über den gesamten Querschnitt des Wirbelschichtapparates angebracht ist. Die zum Einbringen der Flüssigkeit genutzten Sprühdüsen sprühen

vertikal nach oben und sind direkt im Anströmboden integriert (EP-A-0332929) oder werden in Höhe des Anströmbodens von einem Sieb umgeben (EP-A-0163836). Die für den Prozess benötigten Granulationskerne werden durch teilweise Sprühtrocknung der eingedühten Flüssigkeit durch teilweise Nichtüberdeckung (Hindurchsprühen) der Sprühdüsen mit dem Wirbelschichtmaterial produziert. Die Wirbelschichtmasse wird durch einen Gleichgewichtszustand zwischen sprühgetrockneten Keimen und durch den Siebvorgang zurückgeführtem Unterkorn sowie dem Granulataustrag gebildet. Eine Abtrennung von zu großen Granulaten gibt es nicht.

Bedingt durch das Einbringen der Flüssigkeit werden die in der Wirbelschicht enthaltenen Teilchen im bedühten Bereich mit der Flüssigkeit benetzt und es findet eine Trocknung des Flüssigkeitsfilmes auf der Teilchenoberfläche statt. Im restlichen Bereich der Wirbelschicht findet außerhalb der Düsen keine Trocknung von im Wesentlichen oberflächlich befeuchteten Teilchen statt. Statt dessen wird nur ein geringer Anteil an in den Poren der Teilchen enthaltenen Feuchtigkeit verdampft, was zu einem Ansteigen der (mittleren) Partikeltemperatur führt. Eine Zuführung von erhitzten Prozessgasen ist jedoch auch außerhalb des Sprühbereiches der Düsen in herkömmlichen Wirbelschichten notwendig, um die Partikeln im Apparat zu durchmischen und ständig Teilchen in den Bedühtungsbereich zu befördern. Da die Herstellung von Enzymen temperaturabhängig ist, kann mit diesen bekannten Verfahren keine optimale Ausbeute an Aktivität von Enzymen erzielt werden. Außerdem können Temperaturungleichverteilungen im Herstellungsprozess nicht vermieden werden.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Enzym-Granulaten zu schaffen, bei dem die Enzymgranulate

kontinuierlich oder chargenweise unter weitester Vermeidung von Temperaturungleichverteilungen im Herstellungsprozess und bei Erhöhung der Ausbeute an Aktivität von Enzymen hergestellt werden können. Gleichzeitig soll die Kontrollierbarkeit der Granulation bei der Herstellung verbessert werden. Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch die kennzeichnenden Merkmale des Patentanspruches 1 gelöst.

Erfindungsgemäß erfolgt die Herstellung von Enzym-Granulaten durch eine Verknüpfung zwischen den thermischen Bedingungen in der Sprühzone und den Temperaturbedingungen im übrigen Bereich der Wirbelschicht. Im erfindungsgemäßen Prozess wird dies dadurch erreicht, dass die Zuführung des erhitzten Prozessgases zur Trocknung ausschließlich im Bedüsungsbereich erfolgt. Die sichere Zuführung von Teilchen in den Bedüsungsbereich hinein erfolgt durch die spezielle geometrische Gestaltung des Apparates unter Nutzung der Schwerkraft.

Der Vorteil der erfindungsgemäßen Lösung besteht darin, dass die Herstellungsbedingungen an die herzustellenden Materialeigenschaften angepasst werden. Temperaturungleichverteilungen werden weitestgehend vermieden, wodurch auch eine Steigerung der Ausbeute an Enzym-Granulaten erreicht wird.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen sind in den Unteransprüchen beschrieben, sie werden in der Beschreibung zusammen mit ihrer Wirkung erläutert.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert. In der dazugehörigen Zeichnungen ist schematisch eine Anlage zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens dargestellt.

Die zur Trocknung der herzustellenden Enzym-Granulate erforderliche Menge an erwärmtem Prozessgas 10 (in der Regel erhitzte Luft) wird einer Zuluftkammer 17, mit rechteckigem Querschnitt 9 und begrenzenden Seitenwänden 5, zugeführt. In der Zuluftkammer 17 verteilt sich das Prozessgas 10 und tritt über Spaltöffnungen 1 in den Prozessraum 8 in Form von Gasstrahlen 2 ein. Der vorzugsweise horizontal in den Spalt 1 eintretende Prozessgasstrom wird durch das Umlenkteil 3 vorzugsweise nach oben in den Prozessraum 8 hinein umgelenkt und strömt als eine Art Freistrahle in den Apparat hinein. Im Weiteren kann sich der Apparatequerschnitt optional in der Expansionszone 14 vergrößern, so dass sich die Geschwindigkeit der Prozessgasströmung nach oben hin stetig verringert. Das Gas verlässt den Apparat als Abgas 11 oberhalb der Expansionszone 14 über das Abluftteil 19 in das optional ein Entstaubungssystem (z.B. Filterpatronen oder Textilfilterelemente) integriert werden kann.

Im Prozessraum 8 befindet sich eine Menge an Partikeln, die durch den Prozessgasstrahl nach oben hin mitgerissen werden. Im obere Bereich des Prozessraumes 8 sowie in der darüber befindlichen Expansionszone 14 nimmt die Gasgeschwindigkeit ab, so dass die aufwärts strömenden Teilchen seitlich aus dem Gasstrahl 23 heraustreten und in den Prozessraum 8 zurückfallen. Der Prozessraum 8 wird im unteren Bereich von geneigten Seitenwänden 29 begrenzt. Bedingt durch diese Seitenneigung werden die Teilchen unter Wirkung der Schwerkraft über die Rücklaufzone 24 in Richtung des Gaseintrittsspalt 1 befördert, wo sie anschließend wieder vom Prozessgas in den Prozessraum 8 mitgerissen werden.

Durch diesen Mechanismus bildet sich eine sehr gleichförmige Feststoffzirkulation 15 bestehend aus einer Aufwärtsströmung

und einem Rücklauf in Richtung des Prozessgaseintrittes. Dadurch liegt auch bei sehr geringen Mengen an Teilchen im Prozessraum 8 in der Kernzone oberhalb des Umlenkteiles 3 eine hohe Partikeldichte vor. In diesem Bereich werden ein oder
5 mehrere Sprühdüsen 7 angeordnet, die gleichgerichtet zum Prozessgasstrahl nach oben sprühen und zum Einbringen der flüssigen Enzymformulierung dienen.

Durch die hohe Partikelbeladung in der Kernzone ergeben sich in der Bedüsungszone 22 sehr vorteilhafte Bedingungen für den
10 Wärme- und Stoffübergang. Weiterhin wird erreicht, dass sich die Flüssigkeit weitestgehend an den Teilchen abscheidet und diese somit gleichmäßig an den Partikeloberflächen benetzt werden. Das gleichmäßige Benetzen bei gleichzeitiger hohen Feststoffzirkulation zwischen Bedüsungsbereich und Rücklaufzone
15 24 bewirkt, das ein sehr gleichmäßiger Flüssigkeitsfilm gebildet wird. Durch den Trocknungsprozess verdampft die Flüssigkeit und verlässt mit dem Abgas 11 den Apparat. Der in der Formulierung enthaltene Feststoff verbleibt auf der Teilchenoberfläche. Dadurch wachsen die Granulate sehr
20 gleichförmig und homogen, was zu einer sehr engen Korngrößenverteilung führt.

Das Prozessgas kann einen Teil der Partikeln sowie Feingut und Stäube als feststoffbeladene Abluft 20 aus dem Prozessraum 8 ausgetragen. Zur Abscheidung dieser Teilchen kann das im
25 Abluftteil 19 optional integrierte Filtersystem oder dem Apparat nachgeschaltete Entstaubungsanlagen verwendet werden. Im Falle einer integrierten Entstaubungsanlage 25 können beispielsweise Druckluftimpulse 18 genutzt werden, um die zurückgehaltenen Partikeln als abgetrennter Feststoff 21 in den
30 Prozessraum 8 zurückzuführen.

Im Vergleich zu Wirbelschichtapparaten mit integrierten

Filteranlagen wird die Staubrückführung dadurch erleichtert, dass die aufwärts gerichtete Prozessgasströmung im Wesentlichen örtlich begrenzt ist und somit die zurückzuführenden Teilchen außerhalb des Gasstrahles sicher absinken können. Durch die Sogwirkung in der Nähe des Gaseintrittsspalt 1 wird dieser Mechanismus zusätzlich gefördert. Alternativ können von der Abluft abgeschiedene Teilchen in den Prozessraum 8 zurückgeführt werden. Dazu können im unteren Bereich der geneigten Seitenwände 29 verschiedenartigste Zuführungen 26 angeordnet sein. Bedingt durch die hohe Geschwindigkeit des Prozessgasstrahls in der Nähe des Gaseintrittsspalt 1 werden die feinen Partikeln angesaugt und der Bedüsungszone 22 zugeführt wo diese mit Flüssigkeit benetzt werden und am Wachstumsprozess teilnehmen.

Optional eingebaute Leitbleche 16 stützen den Gasstrahl, verstärken den Sogeffekt und verbessern die Zuführung der Feststoffe in der Bedüsungszone 22 hinein. Eventuell auftretende Agglomerationseffekte werden minimiert, da im Bedüsungsbereich sehr hohe Strömungsgeschwindigkeiten und somit höhere Trennkräfte als in Wirbelschichten auftreten. Dadurch werden Teilchen separiert und wachsen zu sehr kugeligen Granulaten.

Das Strömungsprofil des Prozessgases im Prozessraum 8 bewirkt weiterhin, dass von der optional integrierten Filteranlage in den Prozessraum zurückgeführte Feinpartikel nicht in die Bedüsungszone 22 zurückfallen. Dadurch wird das Verkleben von Feinpartikeln und daraus folgende Agglomeratbildungsprozesse unterbunden.

Zur kontinuierlichen Prozessführung kann der Apparat mit optional unterschiedlichen Eintragsystemen 13 für Feststoffe ausgerüstet werden. Dadurch können beispielsweise Enzym-

Partikel dem Prozess zugeführt werden, die durch Zerkleinerung von beispielsweise (zu großen) Granulaten gewonnen werden können oder/und aus zu kleinen Granulaten bestehen. Diese Teilchen dienen dann als Granulationskeime oder als

5 Startfüllung zur Verkürzung der Inbetriebnahmezeit. Außerdem können hier Additive in fester Form in den Prozess eingeschleust werden, die in die Enzym-Granulate eingebettet werden sollen.

- 10 Weiterhin kann der Apparat mit Austragsorganen 4 versehen werden, um Partikel aus dem Prozessraum 8 entnehmen zu können. Dies kann beispielsweise durch einen Überlauf oder durch ein volumetrisches Austragsorgan (z.B. eine Zellenradschleuse) oder auch durch einen Schwerkraftsicher (z.B. einen mit
- 15 Sichtgas beaufschlagten Zick-Zack-Sichter oder einen Steigrohrsichter) erfolgen.

- Optional können mechanische Aggregate 27 im Prozessraum 8, jedoch vorzugsweise im Bereich der Rücklaufzone 24 an den
- 20 geneigten Wänden angebracht werden, um durch Zerkleinerung ausreichend Feinmaterial als Keime für den Granulatbildungsprozess zu erzeugen. Weiterhin kann die Rücklaufzone 24 optional zur Positionierung von Beheizungen oder anderen Wärmeübertragungseinrichtungen 28 genutzt werden.
- 25 Beispielsweise kann die Apparatwand doppelwandig ausgeführt sein, um diese beispielsweise unter Nutzung von flüssigen oder gasförmigen Wärmeträgern zur Beheizung oder Kühlung zu verwenden. Alternativ könnten auch Mikrowellenheizer genutzt werden, um die Partikel in der Rücklaufzone 24 nachzutrocknen
- 30 oder vorzuwärmen.

Im Prozessraum 8 oder in den darüberliegenden Apparateteilen, der Expansionszone 14 und dem Abluftteil 19, können optional

Sprühdüsen 6 angeordnet werden, die vorzugsweise nach unten aber auch teilweise nach oben sprühen. Hier kann ebenfalls die flüssige Enzym-Formulierung eingedüst werden, um beispielsweise durch Sprühtrocknung im Apparat Granulationskeime zu erzeugen.

5 Alternativ können über einige der Sprüheinrichtungen 6 und 7 Additive oder andere Komponenten in flüssiger Form eingesprüht und somit in die Granulatstruktur homogen eingebettet werden. Wenn die Sprühdüsen 7 die heißgasbeaufschlagte Zuluftkammer 17 passieren, können optional die flüssigkeitsführenden Teile mit

10 Isolationen oder unterschiedlichen Kühlsystemen 12 versehen werden, um Schädigungen an der flüssigen Formulierung zu unterbinden.

Als weiterer Vorteil des erfindungsgemäßen Prozesses ist der

15 sehr einfache Aufbau zu nennen, der eine hohe Betriebssicherheit und Störungsunempfindlichkeit mit sehr guter Reinigbarkeit verbindet. Somit werden verbesserte Produktionsbedingungen insbesondere hinsichtlich der Hygieneanforderungen bei Produktwechsel bei biologischen Stoffen geschaffen.

20

Beispiel :

Die Erfindung wird anhand eines konkreten Anwendungsbeispiels veranschaulicht, ohne dadurch in irgend einer Weise eingeschränkt zu werden.

25

Es wurde eine Enzymformulierung, die zusätzlich zur Enzymlösung einen Stabilisator sowie Binderkomponenten enthielt und eine Endkonzentration an Feststoffen von etwa 22 Massenprozent hatte, in einen Apparat eingesprüht, der durch den zuvor

30 beschriebenen Aufbau gekennzeichnet ist. Der Prozessraum ist gekennzeichnet durch einen rechteckigen Querschnitt und hat oberhalb der geneigten Seitenwände eine Querschnittsfläche von $0,15 \times 0,2 = 0,03 \text{ m}^2$ und eine Höhe von etwa 1m. Die Zufuhr des auf

etwa 140°C erwärmten Prozessluftstromes von etwa 180 kg/h erfolgte über 2 längs durch den Apparat verlaufende Gaszuführungsspalte. Die flüssige Formulierung wurde über eine druckluftbeaufschlagte vertikal nach oben sprühende
 5 Zweistoffdüse in den Prozessluftstrahl mit einem Massenstrom von etwa 50g/min eingesprüht. Im Prozessraum befanden sich etwa 500g an Enzym - Partikeln. Durch den Verdampfungsprozess kühlte sich die Prozessluft ab und verließ mit etwa 45°C den Apparat. Die Entstaubung der Abluft erfolgte durch einen dem Apparat
 10 nachgeschalteten Zyklon und der abgeschiedenen Feststoff wurde gravimetrisch in den Prozessraum in Spaltnähe als Keimematerial zugeführt. Die Entnahme von Granulaten aus dem Prozessraum erfolgte stirnseitig unter Verwendung eines Zick-Zack-Sichters. Die im Siebter abgetrennten Feinanteile wurden durch die
 15 Sichtluft in den Prozessraum zurückgeblasen. Das entnommene Granulat hat eine unverfestigte Schüttdichte von 800 g/l und folgende Korngrößenverteilung (Siebanalyse):

> 400µm : 0,8Mass.-%
 20 315...400 µm : 6,8Mass.-%
 250...315 µm : 15,3Mass.-%
 160...250 µm : 42,3Mass.-%
 100...160 µm : 24,9Mass.-%
 0...100 µm : 9,9 Mass.-%

25

Zusammenfassend lässt sich folgendes feststellen:
 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Enzym-Granulaten. Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Enzym-Granulaten zu schaffen, bei dem die
 30 Enzymgranulate kontinuierlich oder chargenweise unter weitester Vermeidung von Temperaturungleichverteilungen im Herstellungsprozess und bei Erhöhung der Ausbeute an Aktivität von Enzymen hergestellt werden können. Gleichzeitig soll die

Kontrollierbarkeit der Granulation bei der Herstellung verbessert werden.'

5 Erfindungsgemäß erfolgt die Herstellung von Enzym-Granulaten durch eine Verknüpfung zwischen den thermischen Bedingungen in der Sprühzone und den Temperaturbedingungen im übrigen Bereich der Wirbelschicht. Im erfindungsgemäßen Prozess wird dies dadurch erreicht, dass die Zuführung des erhitzten Prozessgases zur Trocknung ausschließlich im Bedüsungsbereich erfolgt. Die
10 sichere Zuführung von Teilchen in den Bedüsungsbereich hinein erfolgt durch die spezielle geometrische Gestaltung des Apparates unter Nutzung der Schwerkraft.

15

/Ansprüche



Aufstellung der verwendeten Bezugszeichen

- 1 Spaltöffnung(en)
- 2 Gasstrahl(en)
- 3 Umlenkteil
- 4 Austragsorgan
- 5 Seitenwand
- 6 Sprühdüse(n) in beliebige Richtungen sprühend
- 7 Sprühdüse(n) aufwärts sprühend
- 8 Prozessraum
- 9 Querschnitt einer Prozessstufe
- 10 Prozessgas
- 11 Abgas
- 12 Isolation mit Kühl- oder Heizsystem
- 13 Eintragssystem
- 14 Expansionszone
- 15 Feststoffzirkulation
- 16 Leitblech(e)
- 17 Zuluftkammer
- 18 Druckluftimpulse
- 19 Abluftteil
- 20 ~~feststoffbeladene Abluft~~
- 21 abgetrennter und zurückgeführter Feststoff

- 22 Bedüsungszone
- 23 Partikelaustrittes aus dem Gasstrahl
- 24 Rücklaufzone
- 25 Entstaubungsanlage
- 26 Zuführungen
- 27 ~~Mechanische Aggregate zur Zerkleinerung~~
- 28 Wärmeübertragungseinrichtungen
- 29 Seitenwand

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Enzym-Granulaten, dadurch gekennzeichnet, dass
 - 5 a. ein oder mehrere flüssige Enzymformulierungen über Sprüheinrichtungen in einen feststoffbeladenen Gasstrahl eingedüst werden,
 - b. die mit Flüssigkeit benetzte Materialteilchen im erwärmten Gasstrahl einem Trocknungs- und Granulationsprozess unterzogen werden,
 - 10 c. die Teilchen nach einer Verweilzeit vom Gasstrahl getrennt und in den Prozessraum zurückgeführt werden,
 - d. die Teilchen durch Schwerkraft über geneigte Flächen dem Gaseintrittsbereich zugeführt werden,
 - 15 e. Feinpartikel, Stäube und vom Prozessgas mitgerissene Teilchen abgeschieden werden und dem Prozess als Keimematerial für den Granulatbildungsprozess wieder zugeführt werden,
 - 20 f. durch Materialzuführung in den über die vorzugsweise rotationssymmetrische oder langgestreckte Spaltöffnungen zugeführten Gasstrahl(en) eine in axialer Richtung des Reaktionsraumes liegende kreisähnliche Feststoffströmung erzeugt wird.
- 25 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Enzym-Granulate über unterschiedliche Sichtvorrichtungen aus dem Prozessraum entnommen werden.
- 30 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Enzym-Granulate über unterschiedliche volumetrische Austragsorgane aus dem Prozessraum entnommen werden.
4. Verfahren nach einem oder mehreren Ansprüchen, dadurch

gekennzeichnet, dass zu große oder zu kleine aus dem Prozess entnommene Enzym-Granulate vom Gutprodukt abgetrennt werden.

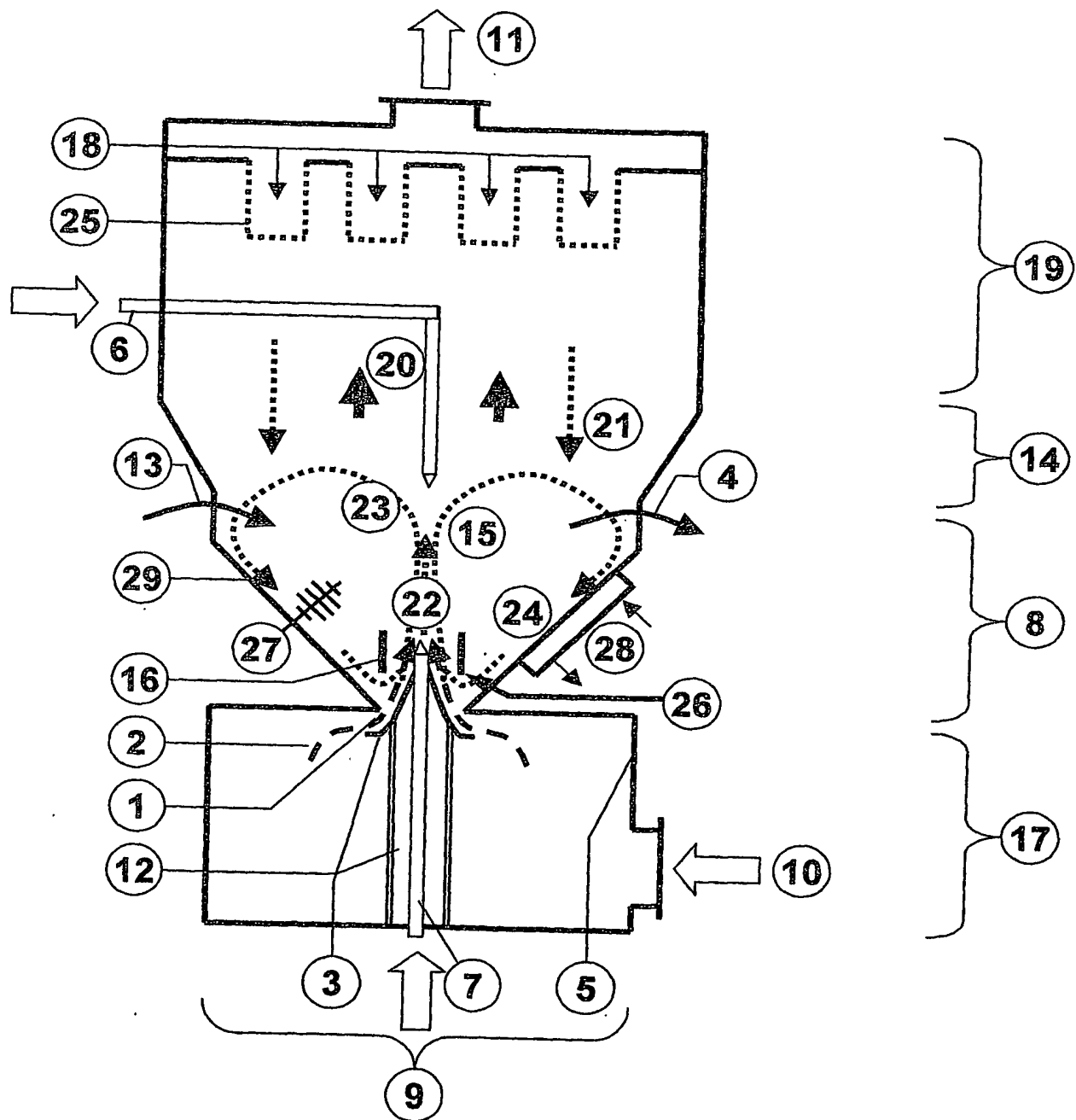
- 5 5. Verfahren nach einem oder mehreren Ansprüchen, **dadurch gekennzeichnet**, dass zu kleine aus dem Prozess entnommenen Enzym-Granulate in den Prozessraum als Keimmaterial zurückgeführt werden.
- 10 6. Verfahren nach einem oder mehreren Ansprüchen, **dadurch gekennzeichnet**, dass zu große aus dem Prozess entnommenen Enzym-Granulate durch ein beliebiges Zerkleinerungsaggregat zerkleinert und in den Prozessraum als Keimmaterial zurückgeführt werden.
- 15 7. Verfahren nach einem oder mehreren Ansprüchen, **dadurch gekennzeichnet**, dass die in den Prozessraum zurückgeführten Enzym-Granulate thermisch nachbehandelt werden.
- 20 8. Verfahren nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass die den Prozessraum zurückgeführten Enzym-Granulate getrocknet oder vorgewärmt werden.
- 25 9. Verfahren nach einem oder mehreren Ansprüchen, **dadurch gekennzeichnet**, dass die den Prozessraum zurückgeführten Enzym-Granulate zerkleinert werden.
- 30 10. Verfahren nach einem oder mehreren Ansprüchen, **dadurch gekennzeichnet**, dass Enzym-Granulate aus unterschiedlichen Zusätzen und mit unterschiedlichen Mischungsverhältnissen hergestellt werden.

/Zusammenfassung

Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Enzym-Granulaten. Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Enzym-Granulaten zu schaffen, bei dem die Enzymgranulate kontinuierlich oder chargenweise unter weitester Vermeidung von Temperaturungleichverteilungen im Herstellungsprozess und bei Erhöhung der Ausbeute an Aktivität von Enzymen hergestellt werden können. Gleichzeitig soll die Kontrollierbarkeit der Granulation bei der Herstellung verbessert werden.

Erfindungsgemäß erfolgt die Herstellung von Enzym-Granulaten durch eine Verknüpfung zwischen den thermischen Bedingungen in der Sprühzone und den Temperaturbedingungen im übrigen Bereich der Wirbelschicht. Im erfindungsgemäßen Prozess wird dies dadurch erreicht, dass die Zuführung des erhitzten Prozessgases zur Trocknung ausschließlich im Bedüsbereich erfolgt. Die sichere Zuführung von Teilchen in den Bedüsbereich hinein erfolgt durch die spezielle geometrische Gestaltung des Apparates unter Nutzung der Schwerkraft (vgl. Figur).



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☒ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.